

Centre  
de coopération  
internationale  
en recherche  
agronomique  
pour le  
développement

Département  
des cultures  
pérennes  
Cirad cp

## **RAPPORT DE MISSION AU CAMBODGE**

**Appui technique au laboratoire de l'I.R.C.C.**

**1<sup>er</sup> Rapport intermédiaire**

**du 12 au 24 Juillet 1999**

6, Rue du  
Général Clergerie  
75116 Paris  
France  
téléphone :  
01 53 70 20 00  
télécopie :  
01 53 70 21 45  
<http://www.cirad.fr>

EPIC-SIRET  
331 596 270 000 24  
RCS Paris B  
331 596 270

DIS 16-771

# **RAPPORT DE MISSION AU CAMBODGE**

**Appui technique au laboratoire de l'I.R.C.C.**

**1<sup>er</sup> Rapport intermédiaire**

**du 12 au 24 Juillet 1999**

J. Sainte Beuve

Doc CP SIC n° 1218

## SOMMAIRE

	pages
I/ INTRODUCTION .....	1
II/ LOCAL .....	2
III/ EQUIPEMENTS .....	4
IV/ PROCEDURES D'ANALYSE.....	8
V/ FORMATION .....	10
VI/ ESSAIS INTERLABORATOIRES .....	11
VII/ PLANNING DES FUTURES MISSIONS .....	11
VII/ CONCLUSION .....	12

### ANNEXES :

- Annexe 1 : Fréquence de contrôle des appareils du laboratoire
- Annexe 2 : Procédure de calibrage du plastomètre Wallace et de son étuve
- Annexe 3 : Programme de formation
- Annexe 4 : Résultats des essais inter-laboratoires
- Annexe 5 : Note technique

## I/ INTRODUCTION

La réhabilitation du laboratoire de Spécification a débuté en 1992 par la signature d'un accord cadre entre le gouvernement de la République Française et le Conseil National Suprême du Cambodge. L'une des actions décrite dans ce document consistait à créer un Laboratoire National de Contrôle de Qualité du Caoutchouc Naturel Khmer qui abriterait les Services techniques de Spécification.

Les équipements sont arrivés à l'IRCC en décembre 1993. Les travaux d'aménagement du laboratoire n'étant pas finis, les équipements ont été transférés dans un entrepôt de la DGPH en Février 1994. Les travaux de rénovation du bâtiment abritant le laboratoire ont pu commencer effectivement en Mars 1995 et en Octobre 1995, date de départ du premier expert - Jean Claude TOURON - les travaux n'étaient pas finis. La réception du bâtiment a pu avoir lieu en décembre 1996 et le deuxième expert - Christian CLOUX - a pu commencer l'installation de certains équipements, tâche qu'il n'a pu mener à son terme car les travaux d'aménagement des bureaux du second étage n'étaient pas achevés. Une bonne partie des équipements a donc été mis en place en l'absence de l'expert qui est revenu en Juillet 1998 pour l'installation définitive. Cette assistance technique a pu être réalisée grâce à l'appui financier du Ministère des Affaires Etrangères.

Aujourd'hui ce laboratoire est pratiquement opérationnel excepté pour la mesure de la plasticité et du PRI, deux critères primordiaux dans les schémas internationaux de spécification. Cette absence est due à la défaillance d'un équipement : le plastomètre. D'autre part, le réglage de certaines procédures d'analyses est encore nécessaire pour pouvoir positionner ce laboratoire au niveau international. Trois missions d'appui ont été jugées nécessaires par le Ministère des Affaires Etrangères pour achever la mise en place de ce laboratoire qui devra pouvoir faire partie d'un réseau de laboratoire agréé au niveau international.

Les termes de référence de ces missions sont les suivants :

- procéder à l'implantation du plastomètre Wallace ;
- mise en place des procédures pour la réalisation de cette mesure et celle du PRI
- finaliser l'ensemble des procédures des analyses suivant la Norme ISO 2 000 ;
- lancer les premiers essais inter-laboratoires avec le laboratoire accrédité du CIRAD ;
- inventorier les besoins en formation ;
- proposer un protocole d'essai parallèle périodique avec le CIRAD.

Cette première mission rentre dans le cadre de cet appui technique à l'IRCC,



## II/ LOCAL

### II.1 - Généralités

Les locaux du laboratoire comprenant les tables de laboratoire (appelé paillasse), les tables pour les balances, les sources d'énergie, l'aération et la climatisation doivent être adaptés aux essais réalisés et donc à faciliter leurs exécutions.

L'environnement dans lequel se déroule ces essais ne doit pas perturber l'exactitude des mesures. Une attention toute particulière doit donc être portée sur l'humidité relative de l'air et sa température. Les appareils possédant des cartes électroniques et des circuits imprimés supportent difficilement des variations de température et d'humidité relative de l'air environnant. Une valeur trop élevée de cette dernière risque de produire des détériorations des équipements de mesure par oxydation des contacts, variation de la résistance d'isolement, corrosion, etc.. C'est pourquoi nous recommandons de les placer dans des pièces climatisées.

Il n'est pas nécessaire de diminuer la température de façon drastique, une température de 24 à 26 °C et une humidité relative de 60 % environ peuvent suffire dans la majorité des cas. Par contre, il faut s'abstenir de créer des phénomènes de condensation sur les murs, les portes et les fenêtres lorsque la climatisation est trop puissante. En règle générale, il faut éviter les variations de température et d'humidité relative de l'air, c'est pourquoi la climatisation doit fonctionner sans interruption chaque jour de l'année et 24 h sur 24.

De même, on n'oubliera pas que la climatisation peut engendrer des courants d'air importants qui peuvent perturber grandement les mesures des balances électroniques de précision. C'est pourquoi il est recommandé de surveiller voire même d'enregistrer ces facteurs à certains endroits du laboratoire.

La tension électrique peut être aussi un facteur important de désordre de certains appareils de mesure. Compte tenu des problèmes de stabilité du courant électrique constatés à Phnom Penh, il est nécessaire de protéger les appareils sensibles avec des stabilisateurs ou des onduleurs. C'est ce qui a été entrepris pour les balances, la presse couleur, le plastomètre et son étuve.

Nous avons noté la présence de tache d'humidité importante sur les murs de la pièce du rez de chaussée correspondant à la salle d'essai physique. Une ventilation importante est donc nécessaire pour essayer d'assécher cette pièce. On prendra garde à ne pas éteindre les climatiseurs dans cette pièce qui pourront participer de façon efficace à l'assèchement de l'air.

Peu de rangements sont disponibles dans les différentes pièces du laboratoire. C'est pourquoi différentes étagères seront rajoutées sous les paillasses pour permettre le rangement des pièces détachées en dessous de chaque appareil.

Certains appareils nécessitent une alimentation en air comprimé ( $< 6$  bars). Un compresseur devra être placé, si possible, à l'extérieur pour éviter les nuisances sonores mais abrité du soleil et de la pluie. Un circuit d'air comprimé devra donc être installé dans la pièce d'essai physique où est placé le viscosimètre Mooney.

Bien entendu on veillera à assurer le nettoyage et la propreté de toutes les pièces du laboratoire.

Par forte pluie, toutes les pièces du rez de chaussée sont inondées ce qui est incompatible avec la notion de qualité que l'on peut attendre d'un laboratoire reconnu au niveau international. Il faut donc remédier à ce problème rapidement. Il existe différentes solutions parmi lesquelles on peut citer :

- réalisation d'un petit seuil au niveau des deux portes de la pièce du mélangeur pour empêcher l'eau de pénétrer dans cette pièce ;
- surélévation du mélangeur ;
- construction d'une petite digue en béton devant le portail d'entrée.

Une note a été rédigée à cet effet au directeur de l'IRCC et qui figure en annexe 5.

## **II.2 - Stockage des produits chimiques**

Les produits chimiques doivent être considérés, par principe, comme poisons et dangereux. Si les précautions d'usage sont prises, il n'y aura pas de répercussions sur la santé du personnel qui les utilisent. En pratique il faut surveiller les points suivants :

- \* l'état d'agrégation ;
- \* le point d'ébullition ;
- \* le point d'inflammation ;
- \* la toxicité ;
- \* la sensibilité à la lumière, à l'air et à l'humidité ;
- \* la réactivité.

Toutes ces informations se trouvent dans la littérature habituelle par exemple les Handbook ou le Merck Index.

Les produits chimiques seront conservés dans des récipients dont la qualité correspond aux propriétés de la substance. On fera attention aux fermetures des flacons. Les joints d'étanchéité et les couvercles ne doivent pas être attaqués par les produits chimiques.

Tous les flacons doivent être étiquetés. L'étiquetage doit exactement définir le contenu du récipient. Suivant l'utilisation, les points suivants devront être mentionnés :

- \* le nom du produit ;
- \* la formule chimique ;
- \* le numéro du produit ;
- \* la pureté ;
- \* le nom du fabricant ;
- \* la date de péremption. ;

Si nécessaire on pourra rajouter :

- \* la masse moléculaire;
- \* les constantes physiques ;
- \* la date de remplissage.

Toutes ces données techniques doivent être obligatoirement fournies par le fournisseur de produits chimiques. Si tel n'est pas le cas, il faut s'adresser à d'autres fournisseurs. N'oublions pas que les laborantins de l'IRCC travaillent toute la journée au contact de ces produits en particulier des solvants très volatils. Leur santé et leur vie en dépendent.

Les produits chimiques seront stockés dans des lieux différents selon leur utilisation :



- \* sur des étagères ouvertes ou fermées, on mettra les bouteilles fréquemment utilisées qui ne produisent pas de vapeur agressive. Les solvants inflammables ne peuvent être conservés qu'en petites quantités ;
- \* dans des armoires pour les grandes quantités de solvant ( bouteille de 1 litre) et autres produits chimiques ;
- \* dans un local extérieur pour les bidons de solvants et autres produits.

Les produits chimiques trop vieux seront éliminés et envoyés à l'ITC en particulier les produits provenant de Russie. On les remplacera par de nouveaux produits.

Bien entendu, tous ces locaux doivent répondre aux Normes de Sécurité en vigueur au Cambodge.

L'auteur engage vivement le lecteur à lire un document de base utilisé habituellement pour la reconnaissance d'un laboratoire à savoir : les Bonnes Pratiques de Laboratoire ( BPL).

### III/ LES EQUIPEMENTS

#### III.1 - L'inventaire

Pour faciliter la gestion du matériel, il est nécessaire de commencer par faire l'inventaire du matériel présent dans le laboratoire. On peut classer ce matériel en deux catégories en fonction du critère métrologique :

- \* le matériel de mesure dont les valeurs sont raccordables à des étalons référence ;
- \* le matériel intermédiaire qui intervient dans l'obtention du résultat final de la mesure et qui peut avoir une influence sur la qualité du résultat. On peut citer par exemple une étuve ou un micro-ordinateur.

Cet inventaire devra comprendre :

- \* la liste du matériel utilisé par exemple sous forme de fiches ce qui permettrait une mise à jour facile ;
- \* le nom, la marque, le numéro d'identification de chaque équipement ;
- \* la description technique du matériel avec sa consommation électrique ;
- \* la fiche de mise en service réalisée à la réception de l'appareillage pour vérifier l'adéquation des performances aux spécifications de départ avec son prix d'achat ;
- \* la date de mise en service ;
- \* la description des éléments associés dans le but de faciliter la traçabilité : c'est la notion de chaîne.

### **III.2 - Le guide d'utilisation**

Une notice d'utilisation doit être rédigée à partir de celle fournie par le constructeur. Elle doit être avant tout compréhensible par l'utilisateur, disponible à tout moment et contenant des instructions claires sur la mise en route, la manipulation de l'appareil, les réglages, l'étalonnage, etc ... Elle sera placée près de chaque appareil pour pouvoir être consultée facilement.

### **III.3 - La maintenance**

Elle doit être permanente et faire l'objet d'une attention de tous les instants. Suivant les équipements, elle peut être faite en interne ou sous traitée à un organisme extérieur.

a/ en interne

Il faut pouvoir surveiller le fonctionnement de chaque appareil et pour cela :

- \* maîtriser les points critiques ;
- \* établir et respecter les consignes de vérification ;
- \* consigner les informations recueillies sur des fiches de maintenance et d'interventions de façon à pouvoir retracer l'historique de chaque appareil.

Dans la pratique, il apparaît que le suivi de la maintenance est plus efficace si les fiches sont réalisées sur un support papier plutôt que sur un support informatique. Les fiches d'entretien seront posées sur les paillasse à coté de chaque appareil.

b/ en externe

Si le laboratoire ne possède pas les compétences techniques pour réaliser le suivi de la maintenance, il peut être sous traité à un organisme compétent par l'intermédiaire d'un contrat de maintenance. Il devra mentionner le prestataire et décrire les opérations contractuelles, leur périodicité et la date d'effet. Les contrats de maintenance doivent être localisés dans le laboratoire lui même et les fiches d'intervention doivent être gardées avec les papiers du matériel.



### **III.4 - L'étalonnage**

Définition : « Ensemble des opérations établissant dans des conditions spécifiées, la relation entre les valeurs de la grandeur indiquées par un appareil de mesure ou un système de mesure, ou les valeurs représentées par une mesure matérialisée ou par un matériau de référence et les valeurs correspondantes de la grandeur réalisée par des étalons. »<sup>1</sup>

Il concerne uniquement les appareils de mesure que l'on doit étalonner périodiquement par rapport à des étalons reconnus au niveau national ou international.

En réalité le laboratoire doit pouvoir disposer d'étalons de référence qu'il fait raccorder aux étalons nationaux ou internationaux par un organisme agréé qui délivrera un certificat d'étalonnage interne. Ces étalons de travail serviront à la vérification du matériel de mesure.

Si cette vérification montre un écart plus important que les erreurs de tolérance définies au départ, il faut d'abord procéder à la mise hors service de l'appareil en apposant une étiquette HORS SERVICE. Puis il faut évaluer l'impact sur les résultats précédemment obtenus, déterminer les échantillons dont les résultats sont erronés et recommencer les analyses après un nouvel étalonnage. Un rapport correctif sera envoyé au client. Si l'appareil ne peut être remis en l'état pour des raisons techniques ou économiques, il sera réformé.

### **III.5 - Le calibrage**

Les procédures de calibrage sont généralement décrites dans les manuels des constructeurs ainsi que leur périodicité. D'une façon générale, ils sont réalisés lors de chaque utilisation. Pour de grande série de mesure, on passera des échantillons références pour connaître les dérives de l'appareil.

La fréquence de contrôle des appareils de laboratoire figure en annexe 1 de ce document ainsi que la procédure à suivre pour le plastomètre Wallace, son étuve et l'emporte pièce (annexe 2). Des fiches de suivi sont proposées et qui devront être utilisées par le technicien et le responsable du service. Elles seront affichées sur le mur en face de chaque appareil.

### **III.6 - Le consistomètre Mooney**

Le consistomètre Mooney MIE/JPS – N° de série 1492 - a été surélevé conformément aux recommandations de l'expert technologue Christian CLOUX. Le branchement électrique a pu être réalisé grâce à l'achat d'une prise électrique adaptée. Il reste encore à se procurer un compresseur (caractéristiques : P = 2 ch, volume = 50 litres) pour que cet appareil puisse démarrer.

Un rangement complet du magasin de stockage des échantillons a permis de récupérer 4 rotors (deux de type L et deux de type S). Nous avons retrouvé un manuel d'utilisation très succinct et certaines pièces détachées. Cela devrait suffire pour démarrer l'appareil. Ceci pourra faire l'objet de la prochaine mission en Novembre 1999.

---

<sup>1</sup> Source : Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de Métrologie, 1993



### III.7 - Le distillateur d'eau GFL

Le distillateur d'eau GFL (Gesellschaft Fur Labortechnik) type 2004 – N° de série 10610493H, Puissance 3 KW - chauffe beaucoup. L'élévation excessive de température des parois pourrait être dû à un rétrécissement des tuyaux de sortie engendrant une forte diminution du débit d'eau d'entrée et de sortie. L'implantation du distillateur sera revu de façon à empêcher que les tuyaux de sortie ne soient coudés. Des coudes en PVC seront donc rajoutés. Le distillateur devra faire l'objet d'un nettoyage complet.

### III.8 - Le plastomètre et son étuve Wallace

Grâce à l'action efficace d'Antoine LECONTE, chef du projet « appui à l'IRCC », un plastomètre Wallace type MK IV P12 E – N° de série C96039/07 a été livré par la société Europe Continent le lendemain de mon arrivée. En réalité il provient de la Société SNOUL et a fait l'objet d'une révision complète par la société Europe Continent. L'ancien plastomètre de l'IRCC datant de 1990 (plastomètre Wallace type MK IV P12 E – N° de série C90045/4) est toujours en panne et sa réparation semble très onéreuse (de l'ordre de 15 000 US \$). Il devrait servir pour les pièces de rechange à moins que nous puissions trouver une carte électronique qui fonctionne et qui ne soit pas trop chère.

Aucune pièce détachée n'a pu être retrouvée dans le laboratoire, ni kit de calibration. En conséquence, le calibrage de l'intervalle des plateaux peut être réalisé actuellement grâce au prêt d'une plaque calibrée de 1 mm de la part de la société Europe Continent. Mais la température des plateaux ne peut pas être contrôlée. Il convient donc d'acheter au plus vite cette mallette.

De même, l'IRCC devra se procurer du papier à cigarette de marque TST Orange, seul habilité pour les analyses de la plasticité. On peut l'acheter en Malaisie à l'adresse suivante :

Syarikat Chip Seng Trading Sdn Bh - Lot 14 – Jalan Perusahaan Ringan, Setapak, 53200 Kuala Lumpur – Malaisie, Fax : 603 422 9317.

Son prix FOB est d'environ : 0.1 US \$ le paquet de 60 feuilles.

Quand à l'étuve Wallace, l'IRCC peut ni vérifier ni corriger la valeur de la température à l'intérieur de l'étuve ( $140 \pm 0,2$  °C), critère prépondérant pour la mesure du PRI. D'autre part, la minuterie de l'étuve ne semblait pas fonctionner correctement, la sonnerie ne se déclenchant pas au bout de 29 minutes et 45 seconds comme prévu. Elle a donc été amenée chez Europe Continent pour réparation ce qui a pu être fait rapidement. Elle fonctionne normalement et les analyses ont pu commencer. Certaines pièces détachées ont pu être retrouvées en particulier la prise pour vérifier l'impédance des résistances du pont de Wheaston ainsi que des membranes pour la pompe. Malheureusement il n'y a pas de multimètre pour lire le signal. Il est donc nécessaire que l'IRCC acquière un multimètre pour mesurer une résistivité avec une précision de deux chiffres après la virgule. Le multimètre vendu par AOIP type MN P 54 peut convenir pour ce travail. Son prix FOB est de l'ordre de 2 500 FF ou 400 US \$.

L'emporte pièce, appareil indispensable pour la fabrication des pastilles pour la mesure de la plasticité, fonctionne normalement. Malheureusement aucune pièce détachée n'a été retrouvée. Il est nécessaire d'en commander certaines, en particulier :



- trois cônes de découpe ( cutter blades en anglais) dont le prix FOB est de l'ordre de 90 £ l'unité ;
- 10 rondelles en aluminium ( soft washers en anglais) dont le prix FOB est de l'ordre de 20 £ l'ensemble.

Enfin nous n'avons pas trouvé de contrôleur d'épaisseur précis dans le laboratoire de l'IRCC, instrument indispensable pour vérifier l'épaisseur des pastilles avant la mesure de la plasticité. Il est nécessaire que l'IRCC s'en procure un. Les plus fiables actuellement sont de type mécanique et de marque MITUTOYO. Les caractéristiques techniques sont les suivantes : pression constante de  $10 \pm 3$  kPa, diamètre de la touche : 1 cm, lecture au 1/100 mm.

### III.9 - Les balances

Tous les échantillons reçus des différentes usines du Cambodge via la Direction Générale des Plantations d'Hévéa (DGPH) doivent être pesés sur le trébuchet. Trois cent grammes seront homogénéisés et le reste sera gardé en stock pendant 6 mois en cas de contestation. Lors du dernier étalonnage il a été constaté que la balance METTLER PM 3000 N° de série SNR N8936 indiquait 8.5 g pour un poids étalon de 10 grammes. En réalité c'est toute la procédure de calibration qui ne fonctionne pas. Elle est donc hors service et doit être amenée chez un réparateur agréé.

Les trois balances METTLER doivent être calibrées périodiquement soit manuellement avec des poids étalons qui ont été livrés par le constructeur soit en suivant la procédure automatique décrite dans le manuel. On respectera le temps de préchauffage donné par le constructeur - 60 minutes - avant de commencer la procédure de calibration. Ces masses doivent être manipulées avec précaution soit avec des pinces pour les faibles masses soit avec un chiffon pour les plus élevées mais jamais avec les doigts.

## IV / PROCEDURES D'ANALYSE

### IV.1 - Homogénéisation

Il convient de bien suivre les recommandations qui sont indiquées dans le document « Procédures d'analyses » et en particulier la température des cylindres ( $70 \pm 5$  °C), la vitesse des cylindres avant ( $24 \pm 1$  tr/min), le rapport de friction (1 :1.4) et l'écartement des cylindres ( $1.3 \pm 0.15$  mm). On fera une fiche de procédure pour rappeler ces informations et qui sera affichée au mur. Cette étape préliminaire conditionne toutes les autres analyses que doit subir le caoutchouc. C'est pourquoi il est important que cette préparation suive rigoureusement les indications données dans les « Procédures d'analyses ».

Le système de sécurité du mélangeur LESCUYER ML 150 (1993 - N° de série : 2583) ne semble pas fonctionner normalement dans la mesure où les barres de sécurité coupent uniquement l'alimentation électrique du moteur ce qui a pour conséquence de ne pas arrêter instantanément la rotation des cylindres ni de les faire tourner à l'envers comme il devrait le faire.



D'autre part, le disjoncteur du mélangeur doit être changé car très abîmé (certains fils électriques de diamètre 6 mm<sup>2</sup> sont simplement recouverts de scotch) et donc dangereux.

Comme signalé par l'expert - Christian CLOUX - le mélangeur ne satisfait pas tout à fait aux normes internationales dans la mesure où la vitesse du cylindre avant est bloquée à 19 tr/mn et l'écartement ne peut pas descendre en dessous de 0.3 mm ce qui empêche de faire des plaques de 1.6 mm d'épaisseur pour la mesure de la plasticité.

Par contre le variateur de vitesse semble bien approprié car permet des vitesses allant de 8 à 38 tr/min pour le cylindre arrière. Une demande a été faite auprès du fournisseur (TECHNO LOIRE) pour qu'il propose une solution technique adaptée. Une fois cette proposition reçue, il faudra veiller à la mettre en place la plus rapidement possible car cela conditionne la justesse des valeurs trouvées avec le plastomètre.

La pièce dans laquelle le mélangeur se trouve, est quelquefois inondée lors de certaines grosses pluies. Il convient donc, soit de surélever le mélangeur, soit de protéger la pièce elle-même en construisant un petit muret au niveau des deux portes. Cette dernière solution, certainement la plus simple à mettre en œuvre et la moins chère, demandera une attention soutenue de la part des laborantins qui devront enjamber ce petit muret avec leurs échantillons chaque fois qu'ils devront entrer ou sortir de la pièce.

#### **IV.2 - Teneur en impuretés**

La procédure actuellement suivie ne correspond pas tout à fait à celle recommandée par la Norme. Il faut essayer de s'y tenir de façon très rigoureuse car beaucoup de facteurs sont susceptibles d'influer sur le résultat final. Les derniers résultats des essais inter-laboratoires qui figurent en annexe 4 montrent une grande disparité des valeurs trouvées par l'IRCC. En conséquence nous recommandons de :

- utiliser un peptisant pour faciliter la dissolution du caoutchouc par exemple PEPTON 22 ou KEMPEP 88 ;
  - verser proprement et doucement la solution diluée sur les tamis ;
  - utiliser une seringue contenant du solvant chaud pour rincer les bechers ;
  - utiliser un autre solvant ( comme le toluène par exemple ) pour rincer les tamis et éliminer le gel ;
  - se procurer la fiche technique du pétrole utilisé pour connaître ces caractéristiques techniques en particulier point éclair, point d'inflammation, point d'ébullition, etc ...
- En effet, il semblerait que la température de dissolution recommandée par la Norme – 125 à 130 °C - ne soit pas suffisante avec le pétrole utilisé actuellement par l'IRCC. Il serait nécessaire de monter à 200 °C pour obtenir une solution parfaitement liquide au bout de deux ou trois heures. Ceci pourrait participer à la formation de gel. Une étude doit être mise en place pour choisir un solvant bien adapté.

#### **IV.3 - Teneur en azote**

Le support boy qui soutient la burette de l'appareil de Bouat et Crouzet n'est plus opérationnel ; la vis de réglage de la hauteur du plateau supérieur étant bloquée. D'autre part, il



manque un pied sur les quatre et le bouton de réglage de la hauteur a disparu. Il convient donc d'en racheter un neuf.

Les produits chimiques utilisés sont relativement anciens, certains datent de 1988, il convient donc d'en changer certains. Les fournisseurs seront contactés afin de connaître la date de péremption de chacun d'eux. Certains d'entre eux sont d'origine mal définie en particulier :

- l'hydroxyde de sodium – origine russe – datant de 1988 et chargé en eau ;
- l'acide sulfurique à 98 % – origine russe – datant de 1988 ;
- colorant en poudre ( bleu de méthylène et rouge de méthyle) de marque inconnue.

L'hydroxyde de sodium devra être donné à l'ITC ayant été conservé dans de mauvaises conditions. Par contre, on devrait pouvoir utiliser l'acide sulfurique et les colorants en poudre. Toutefois, concernant ces derniers, si la méthode de fabrication à partir d'alcool à 90 °C de type pharmacie peut être conservée, le temps de stockage des solutions doit être réduit à quelques jours et non pas à quelques mois. Pour plus de sécurité, de nouveaux produits chimiques devront être achetés rapidement et devront être livrés avant le début de la formation qui sera réalisé par l'ITC en particulier :

- hydroxyde de sodium
- acide sulfurique
- acide borique
- indicateur coloré type bleu de méthylène
- catalyseur Dumazert et Marcelet ou bien tablettes de catalyse Kjeldahl

#### **IV.4 - Divers**

Les procédures d'analyse des cendres et des matières volatiles semblent bien maîtrisées. De nombreux creusets en porcelaine ont été cassés (nombre : 7) il est donc urgent d'en racheter d'autres (une douzaine au moins). Pour éviter que cela ne recommence, il serait souhaitable que l'IRCC s'équipe de creusets en acier inoxydable réputés incassables.

### **V/ FORMATION**

Monsieur Christian CLOUX avait initié un programme de formation complémentaire pour les laborantins et les responsables du laboratoire avec l'appui technique de l'Institut de Technologie du Cambodge (ITC). Ce programme a été revu avec les responsables de l'ITC et ceux de l'IRCC.

Il figure en annexe 3. Les cours pourraient avoir lieu chaque après midi soit à raison de trois heures par jour à partir du 15 septembre pour une durée de un mois et demi. Il sera nécessaire de bien définir le nom des participants pour chaque module de stage en particulier pour l'informatique de façon à accroître l'efficacité du stage. Les deux responsables du laboratoire participeront à tous les modules. Le premier d'intérêt général pourrait être suivi par tous les laborantins et laborantines du laboratoire. Par contre le module de statistique pourra être réservé plus particulièrement aux deux responsables du laboratoire et à une laborantine qui sera chargée de la future saisie des données. Les deux responsables du laboratoire ont proposé Mlle Kim Saret ; cette dernière devra suivre auparavant une formation d'initiation à l'informatique.

Les travaux pratiques sur le dosage d'azote devront se passer en grande partie au laboratoire avec du matériel de l'IRCC - appareil de Bouat et Crouzet – avec les laborantines qui ont l'habitude de travailler à ce poste : Mme Pak Malis, Mlle Un Kim Eng, Mme Uk Oulary, Mme Meas Setha.

Concernant le module de maintenance, deux personnes du laboratoire seront chargés de le suivre et devront par la suite prendre en charge l'entretien et la maintenance des appareils de laboratoire : M Hang Viraksantha et Mme Bun Chansovanthy.

Il me semble important de renforcer encore l'aspect formation pour tout le personnel travaillant au laboratoire de spécification. Une partie pourra être réalisée en collaboration étroite avec l'ITC et une autre, complémentaire, pourrait être localisée en France à Montpellier.

## **VI/ ESSAIS INTERLABORATOIRES**

Plusieurs essais inter-laboratoires ont déjà eu lieu dont le dernier figure en annexe 4. Les premiers du mois de Février ont montré que deux procédures d'analyses ne semblaient pas encore très bien maîtrisés : la détermination du dosage d'azote et du taux d'impuretés. Les valeurs de répétabilité sont très supérieures aux valeurs aux valeurs de référence. Comme on peut le voir en annexe 4, les derniers essais inter-laboratoires confirment ceux du mois de Février à savoir des différences significatives pour le dosage de la teneur en impuretés et le dosage d'azote. La différence significative, au niveau statistique, qui apparaît pour les matières volatiles demande à être confirmée.

## **VII/ PLANNING DES FUTURES MISSIONS**

La prochaine mission – seconde mission du planning prévisionnel - pourrait avoir lieu fin octobre ou début Novembre de façon à permettre aux laborantins de suivre leur cycle de formation à l'ITC qui devrait débuter début Septembre.

Cette mission devra :

- finaliser le choix de deux solvants à utiliser pour le dosage des impuretés ;
- mettre au point la procédure de localisation des bechers sur les plaques chauffantes ;
- vérifier la procédure de dosage d'azote ;
- adapter le malaxeur aux Normes Internationales ;
- mettre en place l'analyse de la viscosité Mooney ;
- participer à la formation d'un cycle d'initiation en informatique et statistique ;
- vérifier les procédures de calibrage du plastomètre et de l'étuve ;
- finaliser la mise en place des fiches de maintenance et de suivi pour chaque appareil.

La troisième mission pourrait avoir lieu en Février ou Mars 2 000 de façon à pouvoir évaluer les dérives dues au temps et à proposer des corrections. Toutes les procédures seront revues au cours de cette mission et les documents nécessaires à la mise en place d'une politique d'assurance qualité seront finalisés.



Bien entendu le programme d'essais inter-laboratoires sera intensifié au cours de ce deuxième semestre 1999 et durant l'année 2000. En effet, seuls les résultats des essais pourront montrer la fiabilité des appareils de mesures et des procédures d'analyse. Une périodicité de l'ordre d'un essai tous les deux mois doit être maintenue pendant cette période de rodage.

Le planning des essais pourrait être le suivant :

- juillet 1999 : échantillons CIRAD analysés à l'IRCC ;
- août 1999 : dépouillement des résultats et synthèse ;
- septembre 1999 : envoi d'une deuxième série d'échantillons à analyser par l'IRCC ;
- octobre 1999 : dépouillement des résultats et synthèse ;
- novembre 1999 : envoi d'une troisième série d'échantillons à analyser par l'IRCC ;
- décembre 1999 : dépouillement des résultats et synthèse.

### **VIII/ CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS**

Pour que l'IRCC puisse être reconnu au niveau national et international en tant que laboratoire de référence, il est indispensable de mettre en place progressivement un plan d'assurance qualité. Un certain nombre de dispositions doivent être prises dont les principales sont listées ci-dessous.

Un inventaire de tous les appareils du laboratoire devra être finalisé et chaque équipement devra recevoir un chiffre unique qui sera inscrit sur la face arrière de chaque appareil. De même l'inventaire des pièces détachées sera actualisé et les pièces de rechange absentes de première nécessité devront faire l'objet d'une commande. Enfin les manuels d'utilisation et les manuels d'entretien seront rassemblés dans un même document.

Une liste des produits chimiques sera établie où devra figurer, en particulier, la date d'achat, la date de péremption, la fiche de sécurité et le nom du fournisseur. Ceci doit permettre une bonne gestion du stock des produits chimiques.

Il reste à réaliser un important travail de rédaction concernant :

- le manuel de procédure des analyses réellement adoptées par le laboratoire; un exemplaire est joint à ce rapport qu'il conviendra de faire évoluer et de traduire en khmer ;
- les fiches d'entretien qui doivent être affichées au mur devant chaque appareil ou posées sur la paillasse à côté de chacun d'eux ;
- les fiches de calibration qui doivent être posées sur la paillasse à côté de chaque appareil ;
- le manuel d'entretien qui doit contenir tous les manuels de chaque appareil du laboratoire.

Un certain nombre d'équipements doivent être achetés rapidement pour permettre de réaliser des mesures fiables, en particulier :

- un disjoncteur ( triphasé pour moteur de 7.5 KW), celui placé près du malaxeur devant être changé car les fils électriques sont simplement protégés par du scotch ;

- un multimètre de précision (deux chiffres après la virgule) pour contrôler la température de l'étuve ;
- un kit de calibration pour le plastomètre Wallace pour contrôler la température des plateaux et le capteur de déplacement ;
- les produits chimiques de qualité pour le dosage de l'azote et le dosage des impuretés;
- le trébuchet (ref : Mettler PM 3000) sera réparé par un réparateur agréé ;
- le mélangeur sera remis aux Normes lors de la prochaine mission grâce aux informations fournies par le constructeur.

On n'oubliera pas d'acheter un compresseur pour mettre en route la procédure d'analyse de la viscosité Mooney.

Lors d'une grosse pluie tropicale, le rez de chaussée du laboratoire a été entièrement recouvert de 10 cm d'un mélange d'eau et de boue. Ce phénomène revient périodiquement à chaque pluie tropicale (10 à 20 fois par an). Toutes les dispositions doivent être prises pour empêcher que ce phénomène recommence si l'IRCC souhaite être reconnu au niveau international.

Un programme de formation a été mis en place qui devrait se dérouler au cours du troisième trimestre 1999. Il devra être encore renforcé les années suivantes de façon à accroître les compétences du personnel de l'IRCC.

L'amélioration progressive des procédures d'analyses et la mise en place des derniers équipements liés à une augmentation des compétences devraient permettre à ce laboratoire d'obtenir une reconnaissance internationale d'ici un an ou deux.



## **ANNEXES**

## **Annexe 1**

### **Fréquence de contrôle des appareils du laboratoire**

## FREQUENCE DE CONTROLE DES APPAREILS DU LABORATOIRE

Appareils	Mesures à effectuer	Fréquence
ETUVE PRI	Contrôle de la température Contrôle de la sonnerie	Chaque mois Chaque mois
PLASTOMETRE	Réglage du zéro / 1 mm  Contrôle de la force  Contrôle de la température des plateaux  Contrôle de l'horizontalité des plateaux  Etalonnage Butyl  Etalonnage Caoutchouc CV	Avant chaque série de mesures  Chaque mois  Chaque mois  Chaque mois  Avant chaque série de mesures  Chaque mois
EMPORTE PIECE	Réglage de la hauteur Vérification de l'état de la lame Vérification de la plaque d'aluminium	Chaque semaine Après 5 000 pastilles  Chaque semaine ou après 3 000 pastilles
BALANCES	Nettoyage Niveau Calibrage  Stabilité Linéarité Reproductibilité	Avant chaque série de mesures Avant chaque série de mesures Chaque mois  Contrat de maintenance Contrat de maintenance Contrat de maintenance
MELANGEUR A CYLINDRES	Ecartement des cylindres Vitesse des cylindres Température des cylindres Vidange  Niveau de la graisse Système de sécurité	Chaque 3 mois Avant chaque série de mesures Avant chaque série de mesures Chaque année ou suivant instruction du fabricant Chaque mois Chaque mois

DESSICATEUR	Contrôle de la couleur du silicagel	Chaque semaine
APPAREIL D'AZOTE	Nettoyage	Une fois par mois
FOUR A MOUFLE	Contrôle de la température	Chaque 6 mois
DISTILLATEUR	Propreté	Une fois par mois ou suivant l'état de propreté de l'appareil
ETUVES	Contrôle de la température	Chaque 6 mois
PRESSE COULEUR	Contrôle du niveau d'huile et de la température	Une fois par an
PLAQUES CHAUFFANTES	Contrôle de la cartographie de la température de surface	Chaque année
VISCOSIMETRE MOONEY	Contrôle de la pression d'air comprimé Contrôle des niveaux d'huile Contrôle position du rotor Etalonnage (poids) Etalonnage (Butyl) Vidange Nettoyage de la chambre Vérification de la plaquette, de la bille, des rainures du rotor	Chaque 6 mois  Chaque 6 mois Chaque mois Chaque mois Avant chaque série de mesures Deux fois par an Chaque mois et si encrassement Chaque mois



## **Annexe 2**

### **Procédure de calibrage du plastomètre Wallace et de son étuve**

# PLASTOMETRE WALLACE

Les opérations de calibrage sont décrites dans un programme interne à la machine dont le déroulement des séquences n'est pas modifiable. Il convient donc de suivre, pas à pas, les indications fournies par la machine sur l'écran de visualisation.

Avant toute chose on vérifiera la position de l'appareil grâce au niveau à bulle.

Les plateaux étant en position ouverte, mettre la machine sous tension (ON) et suivre les instructions sur l'écran. La fermeture des plateaux signifie qu'un essai a démarré.

Lors de la mise sous tension de l'appareil à froid, il est nécessaire d'attendre environ 20 minutes pour que la température des plateaux se stabilise à la température de travail (100 °C). Toutefois ce temps de décomptage est la seule opération que l'on peut sauter en pressant une touche quelconque de l'imprimante.

Il peut arriver lors de la mise sous tension que le plateau inférieur se mette à osciller. S'il s'arrête en position haute, il faut alors presser le bouton poussoir noir situé à l'arrière de l'appareil, afin de ramener le plateau à sa position basse initiale.

## I/ - AJUSTEMENT DE L'INTERVALLE ECHANTILLON

### a/ - Principe

Mettre les plateaux en position ouverte et placer entre eux la cale de 1 mm et 2 demi-feuilles de papier à cigarette. Mettre les plateaux en position fermée. Lorsque le voyant "time2" s'allume, ajuster la distance entre les plateaux en agissant sur le bouton situé sur le pont. Tourner la vis dans le sens indiqué par l'afficheur. Pour un bon réglage, l'affichage doit indiquer "OK". La calibration de la hauteur est terminée. Lever le pont et enlever uniquement la cale de 1 mm en laissant les 2 demi-feuilles de papier. Abaisser le pont et attendre le réglage du zéro. L'affichage de "READY" indique que l'appareil est prêt.

### b/ - Procédure

Il faut suivre les instructions affichées à l'écran :

- Use enter key to step through procedure :
- Follow calibration instructions exactly :
- Open bridge and remove any sample :
- Rotate zero adjuster approx. 1/4 anti clockwise :
- Ensure the bottom platen is down :
- Insert 2 layers paper and 1.00 shim :
- Close bridge :
- Zero clockwise :

- ⊗ "enter "
- ⊗ "enter "
- ⊗ "enter "
- ⊗ "enter "
- ⊗ "enter "
- ⊗ "enter "
- ⊗ "enter "

tourner la vis jusqu'à  
obtenir le message  
suivant :

- Zero anti-clockwise :

tourner la vis dans le sens  
inverse des aiguilles d'une



- |  |   |
|--|---|
|  | montre jusqu'à obtenir le message suivant : |
| - OK :                                     | ⊗ " enter "                                 |
| - Open the bridge :                        |   |
| - Remove shim, leaving 2 layers of paper : | ⊗ " enter "                                 |
| - Close the bridge :                       |   |
| - Open the bridge :                        |   |
| - Remove paper :                           | ⊗ " enter "                                 |
| - Ready :                                  |   |

Si un message d'erreur apparaît tel que *"platen not down or full calibration required"*, on doit éteindre et recommencer la procédure d'étalonnage.

## II/ - AJUSTEMENT DE L'HORIZONTALITE DES PLATEAUX

Pour cet ajustement les 2 plateaux doivent être froids, les connexions chauffage des plateaux débranchées. Mettre l'appareil sous tension et suivre les instructions. On commencera par vérifier l'intervalle échantillon décrit au § I.

Découper un carré de papier carbone d'environ 13 millimètres de côté et le placer entre 2 demi-feuilles de papier à cigarette face carbone vers le haut. Placer ensuite l'ensemble entre les 2 plateaux. Fermer les plateaux. Appuyer sur le bouton noir situé derrière le plastomètre pour faire remonter le plateau du bas puis retirer les papiers en prenant soin de repérer leur position par rapport aux plateaux.

Si ceux-ci sont de niveau, le carbone imprime la papier du haut de façon uniforme.

Si ceux-ci ne sont pas de niveau ; il faut ajuster le plateau supérieur. Utiliser les 4 vis situées sur la face supérieure du pont. desserrer légèrement la vis la plus proche de la partie imprimée la plus dense et serrer la vis opposée à celle-ci.

Répéter l'opération jusqu'à obtenir une surface d'impression du papier uniforme. Une fois l'ajustement terminé, rebrancher les connexions de chauffage des plateaux.

## III/ - ETALONNAGE DE LA MESURE DE FORCE

Mettre l'appareil hors tension et déconnecter le câble d'alimentation puis démonter le panneau arrière de l'afficheur (retirer les 2 vis). Reconnecter le câble d'alimentation secteur. Mettre l'appareil sous tension et suivre les instructions décrites au paragraphe 1 jusqu'à faire apparaître le mot « Ready ».

### a) Méthode directe

Placer le support du poids étalon en s'assurant qu'il reste bien en contact avec le pourtour du nez supportant le plateau inférieur et qu'il n'est pas en contact avec le pont. Fermer partiellement les plateaux.

Placer le poids étalon sur son support puis fermer les plateaux . Au départ de la seconde période, basculer l'interrupteur CALIBRATION, situé sur la deuxième carte électronique, vers la gauche dans le sens de la flèche. Dans ces conditions, l'affichage doit donner une valeur comprise entre 45 et 55. Au bout de 15 secondes, remettre l'interrupteur de calibrage dans sa position initiale.

Si les valeurs affichées n'entrent pas dans la plage indiquée ci-dessus, démonter le panneau arrière inférieur sans débrancher l'appareil. Agir sur le poids à l'aide d'une clé

hexagonale de 6 mm, le pont étant en position haute- l'afficheur indiquant « Ready »- en dévissant pour diminuer la valeur indiquée et en revissant pour l'augmenter. Puis fermer les plateaux et refaire le calibrage.

Si le chiffre indiqué ne correspond pas à la valeur référence ( 45 –55) il faut recommencer. Une fois le calibrage terminée, enlever le poids étalon ainsi que son support.

Le poids utilisé pour le calibrage ne doit pas excéder une force de 98.0665 N. Compte tenu des variations locales de g le poids doit être étalonné sur le site d'exploitation de l'appareil. 98.0665 N représente 10 Kgf, lorsque le support est ajouté la force exercée est de 100 N.

#### b) Méthode par l'imprimante

Après avoir obtenu le message « Ready » il convient de programmer le plastomètre via l'imprimante de la manière suivante :

- tapez 2 fois sur « Enter » puis sur 1 puis sur ▷. Un menu défile avec 9 sous menus et non pas 8
- aller sur le menu 9
- valider en appuyant sur ✓
- fermer les plateaux
- placer le tripode et le poids de 10 kg
- vérifier que le plateau du bas est bien flottant
- sur l'écran doit s'afficher le message suivant « gap = xx », xx étant une valeur comprise entre 45 et 55. Sinon ajuster la valeur en tournant la vis située sur le poids interne avec une clé hexagonale de 6 mm ;
- valider en éteignant l'appareil ;
- enlever le poids et le tripode

### IV/ - VERIFICATION DE LA TEMPERATURE

#### a / Principe

Chaque plateau est constitué de 2 résistances électriques chauffantes (25W – 110V). La mesure de température est assurée par des thermistances à coefficient de température négatif.

Chaque plateau dispose de son propre circuit de régulation en température situé sur la carte inférieure de l'afficheur.

Les plateaux sont protégés d'une éventuelle surchauffe par des circuits indépendant de la régulation. En cas de surchauffe le chauffage est automatiquement arrêté. Pour permettre la reprise du chauffage, il faut alors initialiser l'appareil en la mettant hors tension pendant au moins 2 secondes.

#### b/ Méthodologie

La température est vérifiée pour chaque plateau à l'aide:

- d'une sonde de température reliée à un boîtier de mesure,
- du support de thermocouple livré avec l'appareil.

Démonter le panneau arrière et laisser chauffer pendant 1 heure, le pont étant fermé.  
Ouvrir le pont,



Placer le support de thermocouple sur le plateau inférieur en vérifiant que les encoches du support soient placées dans les trous situés sur le pourtour du plateau,

Placer la sonde dans le support,

Amener les plateaux en position fermée sans verrouiller le levier

Attendre que la température soit bien stabilisée. L'affichage doit indiquer  $100 \pm 0,2$  °C.

Si ce n'est pas le cas, ajuster la température en utilisant le potentiomètre référencé « TOP »

Répéter la même opération pour le plateau inférieur en utilisant cette fois le potentiomètre référencé BOTTOM. Tourner dans le sens des aiguilles d'une montre pour augmenter la température et dans le sens inverse pour la diminuer (1/4 de tour représente 1 °C après trois minutes de stabilisation).

**FICHE DE MAINTENANCE**  
**PLASTOMETRE**

**Ref: P 12 E**  
**N° de série: C96**  
**Fabricant : WALLACE**  
**Fournisseur : WALLACE**  
**Date de mise en service :**

DATES	OPERATEURS	OBSERVATIONS	DECISIONS	VISA

Visa du Responsable



## ETUVE WALLACE

La variation de la température de l'étuve Wallace au cours d'un cycle de mesure, soit pendant 30 minutes, doit être comprise dans l'intervalle  $140 \pm 0,2$  °C. Pour pouvoir le vérifier on procédera de la manière suivante :

- ☞ mettre l'étuve sous tension
- ☞ au bout de 3 heures de mise en chauffe, brancher le câble de calibrage à la prise située sous l'étuve et le relier à un ohm-mètre de 4,5 digits
- ☞ mettre la sonde de température dans le support métallique puis placer l'ensemble à la place de l'un des tiroirs. On lit à la fois la valeur de la résistance (R) sur l'ohm-mètre et la valeur de la température sur le thermomètre
- ☞ ajuster la résistance entre 153,84  $\Omega$  et 153,99  $\Omega$  par le potentiomètre situé à côté de la prise de calibrage ( 153,92  $\Omega$  correspondant exactement à 140,00 °C). Tourner dans le sens des aiguilles d'une montre pour réduire la température et dans le sens inverse pour l'augmenter. Une différence de 0,05 °C correspond à une différence de 0,02  $\Omega$  .

L'étuve est équipée d'une pompe à membrane permettant de garantir un flux d'air constant pendant la durée de l'essai. Le débit d'air est de 115 cc/minute ce qui correspond à 10 fois le volume d'air par heure. Il convient de vérifier régulièrement la propreté du filtre situé sous l'étuve ainsi que la propreté de la membrane de la pompe. Pour cela on démontera le support puis on dévissera le filtre. On le fera tremper si nécessaire dans une solution contenant une solution de détergent. Pour la pompe après avoir débranché les tuyaux de raccordement, inspecter le diaphragme et les clapets.

Les supports des échantillons en aluminium devront toujours être maintenus propres. Si du caoutchouc fondu reste collé au fond des supports il y a un risque de pollution sur les autres pastilles et ainsi fausser les mesures.

**FICHE DE MAINTENANCE**  
**ETUVE WALLACE**

Ref:  
N° de série:  
Fabricant : WALLACE  
Fournisseur : WALLACE  
Date de mise en service :

DATES	OPERATEURS	OBSERVATIONS	DECISIONS	VISA

Visa du Responsable



## EMPORTE PIECE

L'emporte-pièce échantillonneur spécial fourni avec le plastomètre est conçu pour découper des échantillons de volume sensiblement constant à partir de feuilles de matériau d'épaisseur variable comprise entre 3 et 8 mm. Il est conseillé de fixer l'appareil sur le plan de travail (*ou sur une cale de bois*), si possible en laissant dépasser l'enclume pour en faciliter le réglage.

### Description

Un plongeur cylindrique - guide (A)- comprime le matériau jusqu'à une épaisseur déterminée avant que l'outil - cône de coupe (B)- découpe l'échantillon. Le tranchant bute sur une rondelle d'aluminium tendre - rondelle (C) - qui lui évite tout dommage.

### Réglage de l'outil de coupe :

L'outil est correctement réglé d'origine. Cependant, il doit être vérifié chaque semaine et réglé si nécessaire, comme suit :

Les réglages doivent être effectués tous jeux annulés (*remplacement des axes usés par exemple, réglage n°3*).

1) Le tranchant circulaire de l'outil de coupe doit être entièrement en contact ( et juste en contact) avec la rondelle d'aluminium quand l'appareil est fermé (*levier complètement baissé, sans résistance en fin de course*).

Pour régler : desserrer la vis de blocage (D) ; dévisser (baisser) largement l'enclume (E), fermer l'appareil puis revisser (remonter) l'enclume jusqu'à obtention du réglage correct (contact avec le cône de coupe) ; rebloquer la vis et vérifier que le réglage n'a pas bougé.

Après un long usage, la rondelle peut être marquée et doit être remplacée.

Pour la remplacer, débloquer la vis (D), démonter l'enclume (E) et remplacer la rondelle - maintenue par la vis à tête fraisée (J) - remonter l'enclume et refaire le réglage précédent.

2) Quand le tranchant de l'outil de coupe affleure la face inférieure plane du guide de coupe, l'espace entre celui-ci et l'enclume doit être de 3 mm. (*Faire fabriquer une cale de 3 mm dans un morceau de fer plat de cette épaisseur, soigneusement ébavuré, vérifier l'épaisseur au palmer ou utiliser la clé de réglage des anciens plastomètres type MK II*).

Pour le régler : desserrer l'écrou (F) (clé 15). Tourner la vis creuse (G) jusqu'à obtenir le bon réglage. Rebloquer l'écrou (F) en veillant à ne pas modifier le réglage.

3) La vis (H) maintient le guide de coupe en position. Elle doit être vissée dans le gui de en lui laissant un jeu vertical dans la vis creuse (G) de 0.25 mm environ (*mesurer avec une jauge d'épaisseur si possible*).

4) Après un usage prolongé, le cône de coupe (B) peut être usé ou endommagé. Il faut alors le remplacer (*il est préférable de changer en même temps la rondelle (C)*).

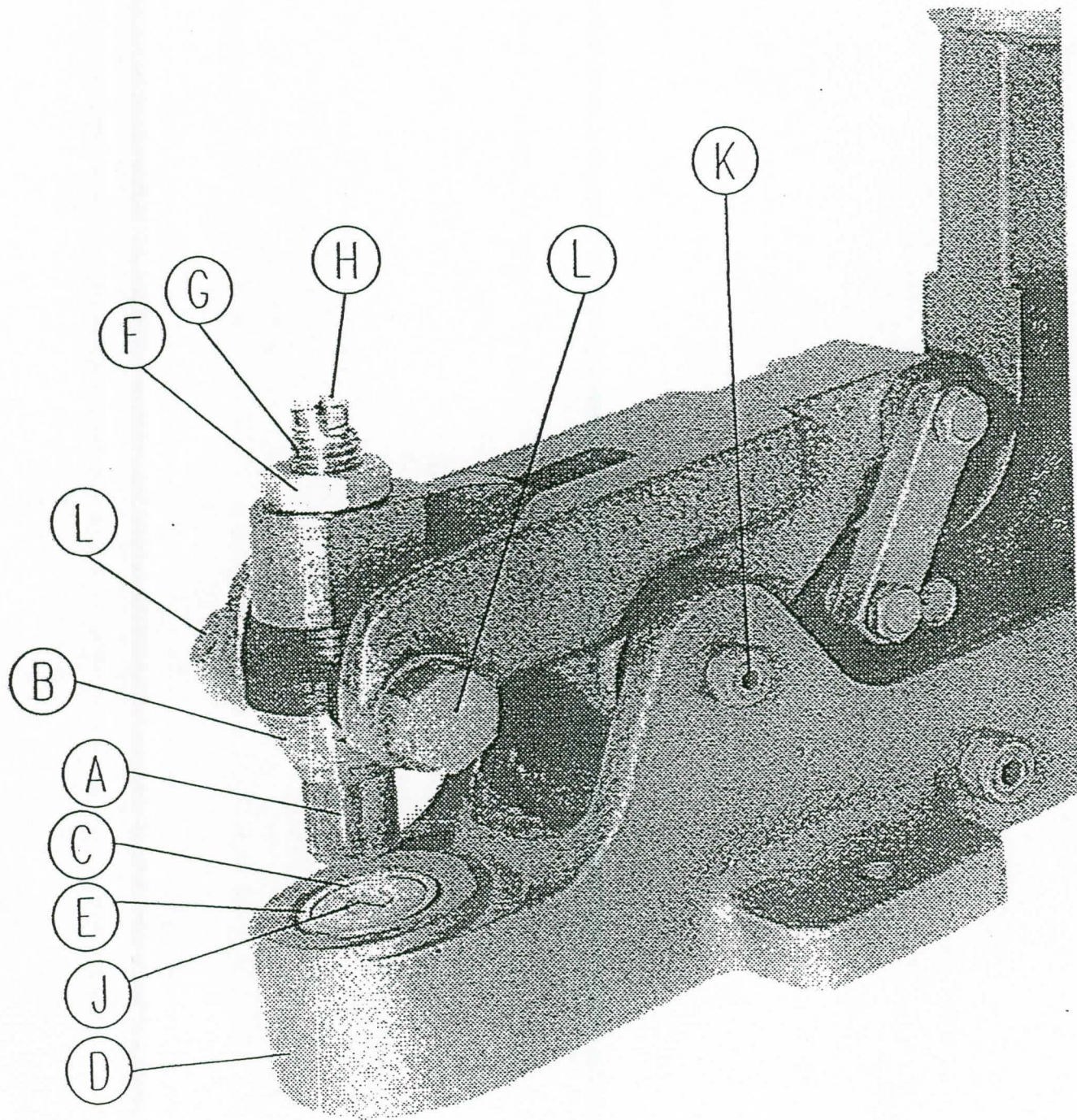
Pour cela : enlever les vis (H) et (L), extraire le cône et son guide.

Monter un cône neuf. Remplacer le boulon pivot (K) et vérifier le réglage de l'outil selon les procédures 1, 2 et 3 ci-dessus.

### **Information générale**

Un contrôle et un réglage réguliers de l'emporte-pièce seront récompensés par une amélioration de la constance des mesures du plastomètre.





TEST PIECE SPECIMEN CUTTER



**FICHE DE MAINTENANCE**  
**EMPORTE PIECE**

**Ref:**  
**N° de série:**  
**Fabricant : WALLACE**  
**Fournisseur : WALLACE**  
**Date de mise en service :**

DATES	OPERATEURS	OBSERVATIONS	DECISIONS	VISA

Visa du Responsable

## **Annexe 3**

### **Programme de formation**



Royaume du Cambodge  
Nation Religion Roi

Institut de Technologie du Cambodge  
Département G.C.A

lundi 19 juillet 1999

A l'attention de Messieurs :

Jérôme Sainte Beuve  
Antoine Lecomte

IRCC  
Fax : 218 649

Objet: Propositions pour une formation pour les employés de l'IRCC.

Nombre de page : 4

Veuillez trouver ci-joint le programme de formation pour le personnel de l'IRCC,  
modifié suivant notre réunion du 19/07/99.

Vous trouverez ci-joint le détail du stage 1 et du stage 2.

Recevez mes salutations les meilleurs.

Joséphine Chastenot

Copie :

Hubert Defossez

Pascal Durand Carrier

Royaume du Cambodge  
Nation Religion Roi

Institut de Technologie du Cambodge  
Département G.C.A

STAGE 1

Le programme suivant est proposé pour la formation continue des employés du laboratoire de l'IRCC.

Cette session de 83 heures est prévue pour le personnel (8 personnes) suivant :

M. HUN Kimsan  
M. CHHE Pitou  
Melle UN Kim Eng  
Mme LIM Engsrin  
Mme MEAS Setha  
Melle UK Oulary  
Mme SIENG Sotheary  
Mme PAK Malis.

*Cette liste de personne est à confirmer par l'IRCC*

*Le lieu de la formation dépendra des cours et sera soit les locaux de l'ITC soit ceux de l'IRCC, cela reste aussi à confirmer en accord avec l'IRCC.*

Les cours seront donnés en français et en khmer, les documents écrits seront en français.

## 1- Pré requis de Chimie

30h

### A>Chimie générale

15h

- Liquides et solvants : mélange de liquides, non-conservation du volume, comportement microscopique d'un soluté dans l'eau.
- Concentration molaire, concentration normale, concentration en pourcentage et concentration massique.
- Différents types de solvants, liquides non miscibles, solubilité.

### B>Chimie organique

5h

- L'élément carbone et les bases des molécules chimiques.
- Les polymères (caoutchouc naturel et synthétique)

### C>Travaux pratiques

10h

Préparation et vérification des concentrations de différentes solutions.

## 2- Pré requis de statistiques

10h

Représentations graphiques de données, moyennes, médiane et écarts moyens.  
Utilisation d'un tableur (Cours 6 h, TD 4 h).

*Le nombre de personnes suivant cette formation reste à confirmer par l'IRCC.*

## 3- Techniques physico-chimiques : théorie et pratique.

28h

### A> Méthodes instrumentales

14h

- pH métrie (cours + TP)
- Viscosité (cours + TP)

4h

10h

### B> Méthodes chimiques

24h

Dosage volumétrique (TP)

6h

Dosage des protides : méthode de Kjeldhal

18h

Pour chacune des méthodes énumérées ci-dessus, l'enseignement comprendra les rubriques suivantes :

- Principes, théorie, respect des règles d'assurance qualité de la technique analytique étudiée.
- Travaux pratiques.
- Exploitation des mesures : calculs, évaluation critique des résultats, analyse d'erreur, rapport d'analyse.
- La sécurité au laboratoire

## 4 - Maintenance des appareils

15h

- Etalonnage.
- Démontage, montage, nettoyage entretien.
- Maintenance courante (petites réparations)

Cette formation peut se faire à un rythme de 3 heures par jour.

*KOR Chun*

*Responsable de la formation.*

*KOR*



Royaume du Cambodge  
Nation Religion Roi

Institut de Technologie du Cambodge  
Département G.C.A

STAGE 2

Le programme suivant est proposé pour la formation continue des employés du laboratoire de l'IRCC.

Cette session est prévue pour le personnel (2 personnes) suivant :

M. HUN Kimsan  
M. CHHE Pitou.

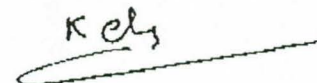
Les cours et les documents écrits seront donné en français.

**Gestion d'un laboratoire**

20h

Gestion du matériel et des produits consommables.  
Gestion des échantillons et des rapports d'analyses  
Principes de l'assurance qualité en laboratoire.  
Evaluation du coût des analyses.

KOR Chun  
Responsable de la formation.



## **Annexe 4**

### **Résultats des essais inter-laboratoires**

## ESSAIS INTER-LABORATOIRES AVRIL 1999

### Résultats du CIRAD:

Qualité	Références	Impuretés (%)	Azote (%)	Matières vol (%)	Cendres (%)	Couleur
5L	KA411	0,014	0,47	0,37	0,41	5
5L	CA422	0,005	0,48	0,35	0,31	4,5
5L	AA522	0,006	0,45	0,36	0,24	3,5
5L	CA491	0,009	0,46	0,38	0,31	4
5L	MA246	0,007	0,38	0,27	0,3	2
5	CA421	0,005	0,44	0,30	0,32	5
5	AA523	0,003	0,48	0,35	0,21	4
5	KA409	0,010	0,41	0,28	0,27	5
5	MA247	0,010	0,38	0,33	0,28	5
5	CA490	0,017	0,41	0,30	0,32	3
10	CA424	0,036	0,40	0,37	0,36	16
10	AA524	0,021	0,42	0,27	0,32	5
10	CB205	0,020	0,34	0,33	0,21	16
10	SA238	0,016	0,36	0,44	0,31	6
20	SA239	0,030	0,38	0,45	0,29	7
20	MA249	0,012	0,36	0,27	0,2	6

(\*): Le pourcentage de pertes due à l'homogénéisation à 70°C n'a pas été pris en compte car les échantillons ont été reçus déjà homogénéisés

### Résultats de l'IRCC:

Qualité	Références	Impuretés (%)	Azote (%)	Matières vol (%)	Cendres (%)	Couleur
5L	KA411	0,008	0,31	0,35	0,25	4,5
5L	CA422	0,005	0,27	0,33	0,33	5
5L	AA522	0,006	0,22	0,24	0,27	3,5
5L	CA491	0,004	0,24	0,31	0,55	5
5L	MA246	0,008	0,28	0,19	0,21	3
5	CA421	0,004	0,22	0,3	0,33	5
5	AA523	0,006	0,36	0,28	0,28	4,5
5	KA409	0,007	0,34	0,33	0,23	5
5	MA247	0,005	0,39	0,18	0,21	6
5	CA490	0,004	0,32	0,33	0,34	6
10	CA424	0,032	0,33	0,42	0,45	16
10	AA524	0,005	0,17	0,25	0,24	7
10	CB205	0,016	0,22	0,25	0,34	16
10	SA238	0,015	0,28	0,24	0,37	6
20	SA239	0,012	0,29	0,23	0,36	6
20	MA249	0,006	0,14	0,20	0,18	6



## Test de comparaison de deux tests de mesure

Qualité	Références	Impuretés IRCC Moy (%)	Impuretés CIRAD Moy (%)	Différence CIRAD/IRCC
5L	KA411	0,008	0,014	0,006
5L	CA422	0,005	0,005	0
5L	AA522	0,006	0,006	0
5L	CA491	0,004	0,009	0,005
5L	MA246	0,008	0,007	-0,001
5	CA421	0,004	0,005	0,001
5	AA523	0,006	0,003	-0,003
5	KA409	0,007	0,010	0,003
5	MA247	0,005	0,010	0,005
5	CA490	0,004	0,017	0,013
10	CA424	0,032	0,036	0,004
10	AA524	0,005	0,021	0,016
10	CB205	0,016	0,020	0,02
10	SA238	0,015	0,016	0,001
20	SA239	0,012	0,030	0,018
20	MA249	0,006	0,012	0,006

moyenne 0,005875

ecart type 0,007098

ecarttype/racine de 15 0,001833

moy/ecart/racine de 15 3,205605

tdist 0,006349

**conclusion : différence significative entre les deux laboratoires**

Qualité	Références	Azote IRCC Moy (%)	Azote CIRAD Moy (%)	Différence CIRAD/IRCC
5L	KA411	0,31	0,47	0,16
5L	CA422	0,27	0,48	0,21
5L	AA522	0,22	0,45	0,23
5L	CA491	0,24	0,46	0,22
5L	MA246	0,28	0,38	0,1
5	CA421	0,22	0,44	0,22
5	AA523	0,36	0,48	0,12
5	KA409	0,34	0,41	0,07
5	MA247	0,39	0,38	-0,01
5	CA490	0,32	0,41	0,09
10	CA424	0,33	0,40	0,07
10	AA524	0,17	0,42	0,25
10	CB205	0,22	0,34	0,34
10	SA238	0,28	0,36	0,08
20	SA239	0,29	0,38	0,09
20	MA249	0,14	0,36	0,22

moyenne 0,15375

ecart type 0,091132

ecarttype/racine de 15 0,02353

moy/ecart/racine de 15 6,534178

tdist 1,33E-05

**conclusion : différence significative entre les deux laboratoires**

Qualité	Références	Matières volatiles(*)		Différence CIRAD/IRCC
		IRCC Moy (%)	CIRAD Moy (%)	
5L	KA411	0,35	0,37	0,02
5L	CA422	0,33	0,35	0,02
5L	AA522	0,24	0,36	0,12
5L	CA491	0,31	0,38	0,07
5L	MA246	0,19	0,27	0,08
5	CA421	0,3	0,30	0
5	AA523	0,28	0,35	0,07
5	KA409	0,33	0,28	-0,05
5	MA247	0,18	0,33	0,15
5	CA490	0,33	0,30	-0,03
10	CA424	0,42	0,37	-0,05
10	AA524	0,25	0,27	0,02
10	CB205	0,25	0,33	0,08
10	SA238	0,24	0,44	0,2
20	SA239	0,23	0,45	0,22
20	MA249	0,20	0,27	0,07

moyenne 0,061875

ecart type 0,081094

ecrtbtype/racine de 15 0,020938

moy/ecart/racine de 15 2,955097

tdist 0,01044

**conclusion : différence significative entre les deux laboratoires**

Qualité	Références	Cendres		Différence CIRAD/IRCC
		IRCC Moy (%)	CIRAD Moy (%)	
5L	KA411	0,25	0,41	0,16
5L	CA422	0,33	0,31	-0,02
5L	AA522	0,27	0,24	-0,03
5L	CA491	0,55	0,31	-0,24
5L	MA246	0,21	0,3	0,09
5	CA421	0,33	0,32	-0,01
5	AA523	0,28	0,21	-0,07
5	KA409	0,23	0,27	0,04
5	MA247	0,21	0,28	0,07
5	CA490	0,34	0,32	-0,02
10	CA424	0,45	0,36	-0,09
10	AA524	0,24	0,32	0,08
10	CB205	0,34	0,21	-0,13
10	SA238	0,37	0,31	-0,06
20	SA239	0,36	0,29	-0,07
20	MA249	0,18	0,2	0,02

moyenne -0,0175

ecart type 0,096575

ecrtbtype/racine de 15 0,024935

moy/ecart/racine de 15 -0,701811

tdist 0,4943

**conclusion : pas de différence significative entre les deux laboratoires**

Qualité	Références	Couleur IRCC Moy (%)	Couleur CIRAD Moy (%)	Différence CIRAD/IRCC
5L	KA411	4,5	5	5
5L	CA422	5	4,5	-0,5
5L	AA522	3,5	3,5	0
5L	CA491	5	4	-1
5L	MA246	3	2	-1
5	CA421	5	5	0
5	AA523	4,5	4	-0,5
5	KA409	5	5	0
5	MA247	6	5	-1
5	CA490	6	3	-3
10	CA424	16	16	0
10	AA524	7	5	-2
10	CB205	16	16	0
10	SA238	6	6	0
20	SA239	6	7	1
20	MA249	6	6	0

moyenne -0,1875

ecart type 1,672075

ecrtbtype/racine de 15 0,431728

moy/ecart/racine de 15 -0,434301

tdist 0,670688

**conclusion : pas de différence significative entre les deux laboratoir**



## **Annexe 5**

### **Note technique**

## NOTE TECHNIQUE

A Monsieur le directeur de l'IRCC

Objet : Inondation de l'IRCC

Lors d'une grosse pluie tropicale, le rez de chaussée du laboratoire a été entièrement recouvert de 10 cm d'un mélange d'eau et de boue. Ce phénomène semble revenir périodiquement à chaque pluie tropicale (10 à 20 fois par an).

Ceci provoque des perturbations importantes dans les procédures d'analyses du laboratoire de l'IRCC et en particulier :

- mobilisation du personnel pour le nettoyage des locaux ;
- introduction de terre et autres débris végétaux à l'intérieur des pièces du laboratoire qui doivent toujours rester très propre ;
- arrêt obligatoire des moteurs électriques sous peine de court circuit ;
- présence d'eau autour des fils électriques sous certains appareils et dans les murs.

Il convient donc d'y remédier le plus rapidement possible. Parmi les différentes solutions, on peut citer :

- surélévation du mélangeur lui même et protection des pièces sensibles par la mise en place de petit seuil au niveau des portes. Cette solution, certainement la plus simple à mettre en œuvre et la moins chère, demandera une attention soutenue de la part des laborantins qui devront enjamber ce petit muret avec leurs échantillons chaque fois qu'ils devront entrer ou sortir de la pièce ;
- construction d'une petite digue en béton devant le portail d'entrée pour empêcher l'eau de la route de rentrer dans le jardin et le bâtiment de l'IRCC ;
- surélévation de l'ensemble du rez de chaussée du bâtiment ;
- abaissement du niveau du jardin qui pourrait servir de bassin de rétention provisoire. Actuellement le niveau étant plus haut, c'est l'inverse qui se produit.

Ces différentes actions peuvent être faites de façon concomitante.

Toutes les dispositions doivent être prises pour empêcher que ce phénomène recommence si l'IRCC souhaite être reconnu au niveau international.

J. SAINTE BEUVE  
Expert technologue CIRAD